

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-143489

(43)Date of publication of application : 03.06.1997

(51)Int.Cl.

C11B 9/02  
A23L 1/221

(21)Application number : 08-094852

(71)Applicant : T HASEGAWA CO LTD

(22)Date of filing : 25.03.1996

(72)Inventor : SHIRAISHI SATORU  
TAKAHASHI MAKOTO  
TOJO HIROAKI  
YAMAMOTO NAOTO

(30)Priority

Priority number : 07267788 Priority date : 21.09.1995 Priority country : JP

## (54) EXTRACTION OF FLAVOR FROM RAW MATERIAL OF ANIMAL AND PLANT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for extracting flavors rich in taste property from raw materials of animals or plants at a high concentration and in a high yield.

SOLUTION: This method for extracting flavors rich in taste property from raw materials of animals or plants at a high concentration and in a high yield, is to add and mix a maturing assistant material such as water, alcohols, polyhydric alcohols, and oils and fats, mature the mixture and then extract the raw materials of animals or plants with carbon dioxide under a liquid state, a subcritical state or a supercritical state at  $\leq 150\text{Kg/cm}^2$  as an extractant.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.08.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 01.04.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The extract approach of the flavor from the animals-and-plants raw material characterized by extracting after facing an animals-and-plants raw material carrying out extract processing by using the carbon dioxide of a with an or less [ 150kg //cm ] 2 pressure liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition as a solvent, carrying out addition mixing of the aging auxiliary material and riping in this animals-and-plants raw material beforehand.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

**[Field of the Invention]** This invention relates to the extract approach of the flavor from the animals-and-plants raw material maintainable with the smell retaining property and taste durability which held strongly the flavor which has the characteristic \*\*\*\*\* palatability of an animals-and-plants raw material about the approach of extracting a flavor from an animals-and-plants raw material, without being accompanied by the flavor modulation thru/or deterioration, and were excellent with the outstanding flavor balance, and preservation stability improved notably. In detail furthermore, a kind of animals-and-plants raw materials, such as animal-and-vegetable-oils fat, cooking food, a fermentation product, and spices, or two sorts or more of mixture The carbon dioxide of a two or less pressure 150 kg/cm liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition is faced considering as a solvent and carrying out extract processing. After carrying out addition mixing of the aging auxiliary material and riping in this animals-and-plants raw material beforehand, it is related with the approach of extracting the flavor excellent in palatability from the animals-and-plants raw material characterized by extracting by high concentration and high yield.

**[0002]**

**[Description of the Prior Art]** Whenever it mentioned above, it comes, and an animals-and-plants raw material has desirable flavor peculiar to nature, and it cooks and eats in remaining as it is or various many ways former mainly, or it is used for the flavor as raw materials, such as a processed food.

**[0003]** On the other hand, separation extraction of the flavor component of an animals-and-plants raw material is carried out, and research which analyzes an aroma component is also done, for example, an organic solvent is used from the method of carrying out steam distillation of the animals-and-plants raw material, and extracting a flavor component, or this raw material, and the approach of carrying out judgment extraction of the flavor component etc. is learned.

**[0004]** However, according to the extraction approach of the flavor component by a conventional steam distillation method or a conventional solvent extraction method, it was hard to avoid inconvenient deterioration of the generation off flavor by degradation of a flavor, and oxidization disassembly of an oil etc., and degradation by factors, such as heat under this processing, light, and oxygen. Therefore, the flavor obtained has the difficulty of lacking the desirable balance of animals-and-plants raw material original, and pure mellowness, and lacking durability, and, in addition, the residual solvent was also a problem.

**[0005]** In recent years, the attempt which solves such a fault in other fields is made. For example, the supercritical CO<sub>2</sub> of a fluid phase extracts coffee cyclically at a pressure higher than 80 atmospheric pressures (gage) and temperature higher than 31.3 degrees C. How (JP,51-33185,B) to manufacture the coffee oil which contains an aroma component from roast coffee, Moreover, face from coffee that the carbon dioxide gas of a supercritical condition extracts soybean oil from removal or the soybean of caffeine, and water, ethanol, ethyl ether, etc. solve and use a solvent as an extract accelerator. The proposal of the approach (JP,61-22129,A) of raising extraction efficiency is also known.

[0006] Furthermore, are in charge of processing the crude vegetable fat and the oil from seed oil and \*\*\*\*. Fault criticality gas refines a crude fat and a crude oil. By the case Those components, The carbon dioxide of subcritical or a supercritical condition is used as a solvent further again. for example, the proposal (JP,55-52393,A) classified to a glyceride, free fatty acid, an aldehyde, a ketone, odorant, etc. — The process which separates a lipid while carrying out extract cleaning of the lipid of nuts and legumes, The nuts after cleaning, the nuts which turn into legumes from the process which carries out addition sinking in of the various flavorings, The manufacturing method (JP,63-94951,A) of legumes food, the proposal (JP,60-127397,A) which extracts fats and oils from a seed with the carbon dioxide of liquefied or supercritical are known.

[0007] Moreover, this invention persons are the purposes which manufacture the flavor which has the palatability which was excellent from animal-and-vegetable-oils fat, and the process of the animal-and-vegetable-oils fat flavor by extracting a flavor component with the carbon dioxide gas of subcritical or a supercritical condition by the system in which water and/or alcohol exist, or the system not existing was previously proposed from a kind of animal-and-vegetable-oils fat, or two sorts or more of mixture, for example (JP,3-22956,A).

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the flavor obtained by the steam distillation method or the organic solvent method when a flavor component was extracted from an animals-and-plants raw material by the traditional technique like the above had the difficulty that the characteristic aroma of raw material original and palatability are missing, and flavor balance is also further missing in addition, and the durability of a flavor is also missing.

[0009] Moreover, the high flavor component of palatability is alternatively extracted from an animals-and-plants raw material, this is used for the conventional proposal (JP,51-33185,B, JP,61-22129,A, JP,55-52393,A, JP,63-94951,A, JP,60-127397,A) which uses for a solvent the carbon dioxide gas of subcritical [ which was mentioned above / the liquid or subcritical ], or supercritical as flavors, and it is not mentioned at all [ being called a way etc. ], and suggestion is not carried out to it, either.

[0010] As furthermore described above, although the high animal-and-vegetable-oils fat flavor of palatability is obtained when the animal-and-vegetable-oils fat flavor proposed by JP,3-22956,A extracts animal-and-vegetable-oils fat with the carbon dioxide gas of subcritical or a supercritical condition, it cannot necessarily be satisfied and the improvement at the point of the yield of a flavor is especially called for strongly.

[0011]

[Means for Solving the Problem] The result of having pushed wholeheartedly the research on the supercritical carbon-dioxide-gas extract currently performed from the former in order that this invention persons might solve an above-mentioned technical problem, It faces extracting a flavor component from an animals-and-plants raw material. In this animals-and-plants raw material Addition mixing of the aging auxiliary materials, such as water, alcohols, polyhydric alcohol, and fats and oils, is carried out beforehand. After riping, by extracting with the carbon dioxide of the liquefaction condition below pressure 150 kg/cm<sup>2</sup> </SUP>, a subcritical state, or a supercritical condition, it found out solving the conventional fault at once, and this invention was completed.

[0012] Therefore, after the purpose of this invention carries out addition mixing of the aging auxiliary material beforehand and ripens in an animals-and-plants raw material, it is by extracting with the above mentioned carbon dioxide to offer the new extract approach of extracting efficiently the flavor which was rich in palatability by high concentration and high yield from the animals-and-plants raw material which can solve the conventional technical problem at once.

[0013] Hereafter, the mode of this invention is explained still more concretely.

[0014] As an animals-and-plants raw material which can be used for the extract of the flavor from the animals-and-plants raw material of this invention For example, coffee oil, sesame oil, an almond oil, cocoa butter, coconut butter, A cashew nut oil, peanut oil, a brazil nut oil, a pecan oil, a macadamia-nuts oil, Hazelnut oil, a pistachio oil, a UORU nuts oil, the real oil of a pine, a ginkgo-nuts oil, Animal-and-vegetable-oils fat, such as sunflower oil, Japanese pumpkin seed oil, olive oil, beef tallow, lard, chicken oil, mutton fat, butter, butter oil, salmon oil, \*\*\*\*\*, sardine oil, and soy sauce oil; for example An almond, a cashew nut, a peanut, a brazil nut, a pecan, Seed

roast articles, such as macadamia nuts, hazel nuts, a pistachio, a coconut, pinenuts, ginkgo nuts, a chestnut, a blacking wash, a horse chestnut, sesame, a fruit to hide, a fruit of a sunflower, and a Japanese pumpkin kind; for example tea with whole rice, barley tea, flour made by grinding parched barley, pans, popcorn, cornflakes, crackers, a rice cracker, and a deep-fried rice cracker — cereals roast article [, such as a kind ]; — for example Spices, such as a vanilla bean, a ginger, a laurel, a cardamom, a garlic, a clove, allspice, a cinnamon, NATTSUMEGU, mustard, pepper, a capsicum, paprika, and basil; for example Dairy products and such enzyme processing articles, such as butter, milk, a cheese head, a cream, yogurt, whole milk powder, and skim milk powder; for example The meat cooking article which cooked fermentation product [, such as bean paste, soy sauce, mirin, and pickles ];, for example, a cow, a pig, the sheep, the hen, the duck, the duck, the Meleagris gallopavo, etc. with the cooking method currently generally performed, for example, smoking to boil, and to burn,; for example A sardine, a horse mackerel, a scad, Sabah, a salmon, a bonito, an eel, a cuttlefish, an octopus, fish and shellfishes, such as shellfish, a shrimp, and a crab, — for example, desiccation, roast, the bonito dried and fermented fish that carried out smoke-dried processing, a baking salmon, and baking — kinds, such as fish-and-shellfishes cooking articles, such as a dried cuttlefish and eel kabayaki, or two sorts or more of mixture can be mentioned.

[0015] In this invention, it faces carrying out extract processing of the flavor, using the carbon dioxide of a liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition as a solvent for the animals-and-plants raw material like the above, and it extracts, after carrying out addition mixing of the aging auxiliary materials, such as water, alcohols, polyhydric alcohol, and fats and oils, and riping in this animals-and-plants raw material beforehand. As these alcohols, ethanol can be more preferably mentioned for a methanol, ethanol, n-propyl alcohol, isopropyl alcohol, a butanol, 2-butanol, t-butanol, etc., for example. As polyhydric alcohol, a glycerol and propylene glycol can be more preferably mentioned for ethylene glycol, propylene glycol, glycerol, sorbitol, maltit, xylitol, 1, 3-butylene-glycol, 1, and 2-butylene glycol etc., for example. As fats and oils, for example Soybean oil, sesame oil, corn oil, oleum rapae, rice bran oil, Cotton seed oil, castor oil, peanut oil, olive oil, palm oil, safflower oil, A wheat germ oil, coconut oil, sunflower oil, tsubaki oil, cocoa fat, sardine oil, a salmon oil, the Sabah oil, and a shark — animal-and-vegetable-oils fat, such as an oil, a tuna oil, whale oil, a dolphin oil, a cuttlefish oil, a Pacific saury oil, herring oil, \*\*\*\*\*, beef tallow, chicken oil, lard, and butter, and those hardened oil, inside chain saturated fatty acid triglyceride (MCT is called hereafter), etc. can be mentioned. MCT can be illustrated especially preferably. As this MCT, a caproic-acid triglyceride, a caprylic-acid triglyceride, a capric-acid triglyceride, a lauric-acid triglyceride, and the triglyceride of the inside chain saturated fatty acid of the carbon atomic numbers 6-12 like the mixture of such arbitration can be mentioned, for example. A caprylic-acid triglyceride, a capric-acid triglyceride, and the mixture of such arbitration can be mentioned especially preferably. Such MCT mixture can come to hand cheaply and easily in a commercial scene.

[0016] The amount of the aging auxiliary material used by this invention can be suitably chosen according to the class of animals-and-plants raw material etc., an extraction condition, etc. Generally, the range of about 1 - 100 % of the weight of abbreviation is often adopted to the animals-and-plants raw material like the above etc.

[0017] In this invention, before carrying out extract processing of the animals-and-plants raw material with the carbon dioxide of a liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition, after carrying out addition mixing of the above-mentioned animals-and-plants raw material and the aging auxiliary material, it is necessary to perform aging processing of mixture. Especially as this aging art, it is not restricted and concomitant use of the aging approach of the conventional known, for example, heating aging, aging by ultrasonic irradiation or aging by far-infrared exposure, and these aging approaches etc. can be adopted.

[0018] Although it is about 10 degrees C - about 60 degrees C and about 1 hour - about 24 hours and can carry out to the bottom of churning or a standing condition preferably as aging processing conditions in the above-mentioned \*\*\*\* heating aging in about 30 degrees C - about 50 degrees C and about 1 hour - about 10 hours, for example, it is desirable to carry out especially under churning. Less than 10 degrees C is not enough as the aging effectiveness of

the above-mentioned animals-and-plants raw material and an aging auxiliary material, and since there is a possibility that a flavor may change above 60 degrees C, it is not desirable. Moreover, the aging effectiveness is not fully accepted in less than 1 hour, and even if it performs processing for 24 hours or more, it is uninfluential in the aging effectiveness, and it is good within [ in 24 hours ] also from the field of working efficiency. Maturing time can be shortened by irradiating a supersonic wave or far infrared rays in the case of heating aging furthermore described above.

[0019] In this invention, although the carbon dioxide of a two or less pressure 150 kg/cm liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition extracts mixing / aging object of an animals-and-plants raw material and an aging auxiliary material like the above, it can also carry out by the system which added water, alcohols, etc. to this carbon dioxide. As such alcohols, monohydric alcohol; ethylene glycol [ , such as a methanol ethanol, n-propyl alcohol, isopropyl alcohol, a butanol 2-butanol, and t-butanol ], propylene glycol, glycerol, sorbitol, maltit, xylitol, 1, 3-butylene-glycol, 1, and 2-butylene glycol etc. can solve, and polyhydric alcohol can be illustrated, for example. These alcohols can be used as mixture of independent or arbitration. In these alcohols, ethanol, propylene glycol, a glycerol, and the mixture of such arbitration can be illustrated especially more preferably. As a desirable mode, the combination of water and a glycerol, and/or propylene glycol is raised especially. In this case, each application can be presented as it is, without separating the above-mentioned solvent from the obtained flavor, and there is an advantage with avoidable troubles, such as change of the flavor of the flavor at the time of separation and fly off.

[0020] The carbon dioxide of the liquid condition of this invention, a subcritical state, or a supercritical condition is a fluid critical temperature (31.0-degreeC) and near the critical pressure (72.9 atm), or exceeding it, and the carbon dioxide of a two or less pressure 150 kg/cm liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition is desirable. The carbon dioxide of a two or less pressure 100 kg/cm liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition is especially desirable. If a pressure exceeds 150 kg/cm<sup>2</sup>, the extractability of fats and oils becomes high, and since the obtained extract lacks in flavor balance and lacks also in the durability of a flavor, it is not desirable. Similarly, although constraint will not be received especially if temperature is in a liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition, about 10 degrees C - about 60 degrees C are employable, for example.

[0021]

[Embodiment of the Invention] The embodiment at the time of extracting hereafter the flavor which was rich in palatability from the animals-and-plants raw material of this invention is explained in more detail.

[0022] The approach of warming the approach of not being restricted especially as an approach of introducing a carbon dioxide to an extraction column, and compressing a carbon dioxide to a predetermined pressure using a compressor, for example, making predetermined temperature through a heat exchanger, changing into a liquid condition, subcritical-state, or supercritical condition, and introducing to an extraction column or a carbon dioxide after installation to an extraction column, pressurizing, and changing a phase change into a liquid condition, subcritical-state, or supercritical condition is employable. To the extraction column, addition mixing of the animals-and-plants raw material and aging auxiliary material of a raw material is beforehand carried out by the extraction column, and it ripens for about 1 hour to about 24 hours. Moreover, after carrying out addition mixing and riping with another container for about 1 hour to about 24 hours, it can also carry out by teaching an extraction column.

[0023] The extract by the carbon dioxide is two or less pressure 150 kg/cm, and is performed by usually stirring in about 10 degrees C - about 60 degrees C temperature requirement for about 30 minutes to about about 5 hours, or putting. An extract is separated from a carbon dioxide by leading the carbon-dioxide phase containing an aroma component and an aging auxiliary material to a separator, and decompressing it. Separation of a carbon dioxide and an extract is good, and can also perform an extraction column by semi-continuous actuation as two sequences, others, for example, a thermal variation method. [ manometric method / above-mentioned ]

[0024] The preparation perfume which mixed the perfume compound by the flavor or chemosynthesis of an animals-and-plants raw material obtained by the request with means other than this invention approach etc. can also be blended with the flavor extracted from the animals-and-plants raw material which were obtained by carrying out like the above. Moreover, the excipient of the arbitration like a saccharide, a dextrin, a cyclodextrin, starch, gum arabic, gelatin, casein, plant proteins, and such mixture can be added about the flavor of the animals-and-plants raw material obtained by doing in this way. The flavor of the animals-and-plants raw material containing such an excipient is homogenized using a homogenizer, and can be used as milk. Furthermore, this milk can also be made into powdered or granularity with the known desiccation means of the arbitration like spray drying and freeze drying.

[0025] this invention — the flavor of the animals-and-plants raw material obtained — for example, Western-style cakes, such as frozen desert, such as soft drinks, sherbet, and ice cream, syrup, candies, a jam, fruits preserves, a cake, Bavarian cream, and a mousse, and a flavor seasoning — it hangs down and can use in large fields, such as seasoning, soup, such as a kind and a liquid seasoning, cooking food, daily dishes, snacks, and dainties. As loadings to these eating-and-drinking articles or seasonings, the loadings like about 0.05 – 0.5 % of the weight of abbreviation can be illustrated preferably about 0.01 – 1.0 % of the weight of abbreviation, for example.

[0026] An example explains the mode of this invention in more detail below.

[0027]

[Example]

It riped at 40 degrees C for 3 hours, having carried out addition mixing and agitating cocoa butter 1000g and ODO(Nisshin Oil Mills MCT)50g to the proof-pressure extraction column of 5l. of example 1 inner capacity. Then, the extract temperature of 40 degrees C and the pressure of 100kg/cm<sup>2</sup> The carbon dioxide of a supercritical condition extracted. Occasion, Extract gas is led to a separator and they are the temperature of 40 degrees C in a separator, and the pressure of 50kg/cm<sup>2</sup>. It dissociated on conditions and 23.6g (it is 2.36% of yield to the weight of cocoa butter) of extracts was obtained (this invention article 1).

[0028] The same extraction column as example of comparison 1 example 1 was filled up with cocoa butter 1000g, except having not added ODO, it is the same conditions as an example 1, the carbon dioxide extracted, and 8.0g (it is 0.8% of yield to the weight of cocoa butter) of extracts was obtained (comparison article 1).

[0029] The same extraction column as example of comparison 2 example 1 was filled up with cocoa butter 1000g, on condition that the extract temperature of 40 degrees C, and pressure 250 kg/cm<sup>2</sup>, the carbon dioxide extracted, it dissociated on the same conditions as an example 1, and 32.8g (it is 3.28% of yield to the weight of cocoa butter) of extracts was obtained (comparison article 2).

[0030] The carbon dioxide was immediately introduced without having carried out addition mixing of cocoa butter 1000g and the ODO(Nisshin Oil Mills MCT)50g and performing aging processing to the same extraction column as example of comparison 3 example 1, and it extracted on the same conditions as an example 1, and 9.0g (it is 0.9% of yield to the weight of cocoa butter) of extracts was obtained (comparison article 3).

[0031] Although the organic-functions evaluation by the yield and ten special panelists of the comparison article 1, 2, and 3 who were obtained in this invention article 1 and the examples 1, 2, and 3 of a comparison which were acquired in the example 1 in the organic-functions evaluation following table 1 was shown, compared with the comparison article, this invention article has the thick and pure flavor of cacao original, and was excellent also in respect of yield in the strength of a flavor.

[0032] One table Name \*\* Rate The quality of a flavor In the strength of a flavor, this invention article 1 3.26% O + ++ comparison article 1 0.8% O + + comparison article 2 3.28% \*\* + comparison article 3 0.9% O The quality of ++ (notes) flavor : Fitness Strength of a poor O>O>\*\* flavor: It is strong. +++>+++> Weak [0033] In the churning iron pot of 3l. of example 2 inner capacity, addition mixing of butter oil 1000g of marketing and the PANASATE875 (Nippon Oil & Fats MCT) 80g was carried out, and it riped under 5-hour churning at 40 degrees C. The proof-

pressure extraction column of 5l. of inner capacity was filled up with this aging object, it extracted in 2 using the carbon dioxide of a subcritical state the extract temperature of 30 degrees C, and the pressure of 80kg/cm, and 35.5g of extracts of light dark reddish-brown was obtained. When it compared with the conventional steam distillation object, this thing had the light pleasant roast flavor, and had the tasty aroma when cooking with the aroma peculiar to light butter which has a taste deeply, these harmonized with sufficient balance and durability also had it. Moreover, compared with what was extracted on the same conditions without using MCT, it is improved in respect of the fluidity of the yield of an extract, and an extract.

[0034] The same extraction column as example 3 example 1 was filled up with chicken oil 1kg and ODO(Nisshin Oil Mills MCT)0.1kg, and it riped under 3-hour churning at 50 degrees C. this aging object — further — glycerol 0.05kg and 0.10kg of water — adding — the extract temperature of 25 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> — the carbon dioxide of a liquefaction condition — using — extracting — separation — a column — the inner pressure was made into 50 kg/cm<sup>2</sup>, water and a glycerol were removed, and the 25.5g extract was obtained.

Conventionally, this thing had the flavor peculiar to a good chicken compared with the extract by the organic solvent of elegance, and had the outstanding durability. Moreover, MCT was added and it is improved in respect of the fluidity of the yield of an extract, and an extract compared with what omits aging processing.

[0035] It riped under 5-hour churning, having filled up the churning iron pot of 3l. of example 4 inner capacity with coffee oil 1kg and ODO(Nisshin Oil Mills MCT)50g, and carrying out ultrasonic irradiation to it with a sonicator. This aging object was extracted by the extract temperature of 40 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a supercritical condition, and 42.5g of extracts of light yellow was obtained. This thing had a feeling of a roast peculiar to good coffee compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, MCT was added and it excelled in the yield of an extract, and the fluid field of an extract compared with what omits aging processing.

[0036] It riped for 3 hours, having filled up the churning iron pot of 3l. of example 5 inner capacity with 1500g of roast peanut grinding objects, and 100g of water, and carrying out ultrasonic irradiation to it with a sonicator. This aging object was extracted by the extract temperature of 40 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a supercritical condition, and 42.8g of extracts of light yellow was obtained. This thing had a feeling of a roast peculiar to a good roast peanut compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, water was added, and compared with what omits aging processing, it excelled in the aroma flavor peculiar to a roast peanut, and excelled in the yield of an extract, and the fluid field of an extract.

[0037] It riped for 5 hours, having filled up the churning iron pot of 3l. of example 6 inner capacity with 500g of barley tea grinding objects, and ethanol 100g, and carrying out ultrasonic irradiation to it with a sonicator. This aging object was extracted by the extract temperature of 20 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a subcritical state, and 76.2g of extracts of light brown was obtained. This thing had a feeling of a roast peculiar to good barley tea compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, ethanol was added and it excelled in the field of the yield of a flavor and an extract compared with what omits aging processing.

[0038] It riped at 40 degrees C for 3 hours, having carried out addition mixing and agitating 2000g [ of bean paste ], and glycerol 200g to the proof-pressure extraction column of 3l. of example 7 inner capacity. Then, the extract temperature of 40 degrees C and the pressure of 100kg/cm<sup>2</sup> The carbon dioxide of a supercritical condition extracted. Occasion, Extract gas is led to a separator and they are the temperature of 35 degrees C in a separator, and the pressure of 40kg/cm<sup>2</sup>. It dissociated on conditions and 30.4g of extracts was obtained. This thing had a feeling of fermentation peculiar to good bean paste compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, the glycerol was added and it excelled in the field of the yield of a flavor and an extract compared with what omits aging processing.

[0039] The churning iron pot of 3l. of example 8 inner capacity was filled up with enzyme



processing butter 1000g and ODO(Nisshin Oil Mills MCT)50g, and it riped under 3-hour churning at 45 degrees C. This aging object was extracted by the extract temperature of 45 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a supercritical condition, and 45.6g of extracts of light yellow was obtained. This thing had a fresh feeling of butter compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, MCT was added and it excelled in the field of the yield of a flavor and an extract compared with what omits aging processing.

[0040] It riped for 3 hours, having filled up the churning iron pot of 3l. of example 9 inner capacity with 1000g of roast beef grinding objects, and ethanol 100g, and carrying out ultrasonic irradiation to it with a sonicator. This aging object was extracted by the extract temperature of 40 degrees C, and pressure 100Kcm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a supercritical condition, and 80.4g of extracts of light brown was obtained. This thing had a good feeling of a roast, and a feeling of beef compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, ethanol was added and it excelled in the field of the yield of a flavor and an extract compared with what omits aging processing.

[0041] It riped for 5 hours, having filled up the churning iron pot of 3l. of example 10 inner capacity with 1000g of vanilla bean beating objects, and ethanol 100g, and carrying out ultrasonic irradiation to it with a sonicator. This aging object was extracted by the extract temperature of 40 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a supercritical condition, and 74.2g of extracts of light yellow was obtained. This thing had a good feeling of a vanilla bean compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, ethanol was added and it excelled in the yield of an extract, and the fluid field of an extract compared with what omits aging processing.

[0042] It riped for 3 hours, having filled up the churning iron pot of 3l. of example 11 inner capacity with 1500g of white pepper grinding objects, and 150g of water, and carrying out ultrasonic irradiation to it with a sonicator. This aging object was extracted by the extract temperature of 40 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a supercritical condition, and 30.5g of extracts of light yellow was obtained. This thing had a feeling of speiss peculiar to good pepper compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, water was added and it excelled in the field of the yield of a flavor and an extract compared with what omits aging processing.

[0043] It riped for 5 hours, having filled up the churning iron pot of 3l. of example 12 inner capacity with 1500g of bonito knot grinding objects, and ethanol 150g, and carrying out ultrasonic irradiation to it with a sonicator. This aging object was extracted by the extract temperature of 40 degrees C, and pressure 100 kg/cm<sup>2</sup> using the carbon dioxide of a supercritical condition, and 98.6g of extracts of light yellow was obtained. This thing had a feeling of a knot peculiar to a good bonito knot compared with the extract by the conventional organic solvent, and had the outstanding durability. Moreover, ethanol was added and it excelled in the yield of an extract, and the fluid field of an extract compared with what omits aging processing.

[0044]

[Effect of the Invention] According to this invention, an animals-and-plants raw material is faced carrying out extract processing by using the carbon dioxide of a liquefaction condition, a subcritical state, or a supercritical condition as a solvent, after carrying out addition mixing of the aging auxiliary material and riping in this animals-and-plants raw material beforehand, by extracting, it can excel in stability and the flavor of the animals-and-plants raw material containing an aroma flavor component with large flavor reinforcement can be efficiently manufactured industrial very advantageous with high yield.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-143489

(43) 公開日 平成9年(1997)6月3日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 B	9/02		C 1 1 B	9/02
A 2 3 L	1/221		A 2 3 L	1/221
				A
				B
				C

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平8-94852	(71) 出願人	000214537 長谷川香料株式会社 東京都中央区日本橋本町4丁目4番14号
(22) 出願日	平成8年(1996)3月25日	(72) 発明者	白石 悟 神奈川県川崎市中原区荏宿335 長谷川香料株式会社技術研究所内
(31) 優先権主張番号	特願平7-267788	(72) 発明者	高橋 誠 神奈川県川崎市中原区荏宿335 長谷川香料株式会社技術研究所内
(32) 優先日	平7(1995)9月21日	(72) 発明者	東條 博昭 神奈川県川崎市中原区荏宿335 長谷川香料株式会社技術研究所内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 小林 正明
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 動植物原料からのフレーバーの抽出方法

(57) 【要約】

【課題】 動植物原料から嗜好性に富んだフレーバーを高濃度、高収率で抽出する方法を提供する。

【解決手段】 動植物原料を圧力150Kg/cm<sup>2</sup>以下の液体状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素を抽剤として抽出するに際し、該動植物原料に水、アルコール類、多価アルコール類、油脂類などの熟成補助材料を添加混合し、熟成した後、抽出することにより、嗜好性に富んだ動植物原料のフレーバーが高濃度、高収率で得られる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 動植物原料を圧力  $150\text{ Kg/cm}^2$  以下の液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素を抽剤として抽出処理するに際し、あらかじめ該動植物原料に熟成補助材料を添加混合し、熟成した後、抽出することを特徴とする動植物原料からのフレーバーの抽出方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、動植物原料からフレーバーを抽出する方法に関し、香味変調乃至変質を伴うことなしに動植物原料の特徴的な且つ優れた嗜好性を有する香味を強く保有し、且つその優れた香味バランスと優れた保香性、呈味持続性及び保存安定性をもって維持できる顕著に改善された動植物原料からのフレーバーの抽出方法に関する。更に詳しくは、動植物油脂類、加熱調理食品類、発酵生産物、香辛料類などの動植物原料の一種もしくは二種以上の混合物を、圧力  $150\text{ Kg/cm}^2$  以下の液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素を抽剤として抽出処理するに際し、あらかじめ該動植物原料に熟成補助材料を添加混合し、熟成した後、抽出することを特徴とする動植物原料から嗜好性に優れたフレーバーを高濃度、高収率で抽出する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 上述したとき動植物原料はその風味に天然特有の好ましい風味を有し、従来、主としてそのままあるいは各種各様に調理して食されたり、加工食品などの原料として利用されている。

【0003】 一方、動植物原料のフレーバー成分を分離採取し、香気成分を分析する研究も行われており、例えば、動植物原料を水蒸気蒸留してフレーバー成分を採取する方法、あるいは該原料から有機溶媒を使用して、フレーバー成分を分別採取する方法などが知られている。

【0004】 しかしながら、従来の水蒸気蒸留法或いは溶媒抽出法によるフレーバー成分の採取方法によれば、該処理中の熱、光、酸素等の因子により、フレーバーの劣化、油の酸化分解によるオフフレーバーの生成等の不都合な変質、劣化が避け難かった。従って、得られるフレーバーは、動植物原料本来の好ましいバランス、及び芳醇なまろやかさを欠き、また持続性を欠くという難点があり、加えて残留溶剤も問題であった。

【0005】 近年、他分野においてこのような欠点を解決する試みがなされている。例えば、コーヒーを流体相の超臨界  $\text{CO}_2$  により  $80$  気圧（ゲージ）より高い圧力と  $31.3^\circ\text{C}$  より高い温度で循環的に抽出する、焙煎コーヒーからアロマ成分を含むコーヒー油を製造する方法（特公昭  $51-33185$  号公報）、また、コーヒーからカフェインの除去あるいは大豆から大豆油を超臨界状態の炭酸ガスで抽出するに際し、水、エタノール、エチ

ルエーテル等のごとき溶媒を抽出促進剤として使用して、抽出効率を高める方法（特開昭  $61-22129$  号公報）の提案も知られている。

【0006】 さらに、種子油及び胚油からの粗製植物性脂肪及び油を処理するにあたり、粗製の脂肪及び油を過臨界ガスで精製し、場合によりそれらの成分、例えば、グリセリド、遊離脂肪酸、アルデヒド、ケトン、臭気物質などに分別する提案（特開昭  $55-52393$  号公報）、更にまた亜臨界又は超臨界状態の二酸化炭素を抽剤として、ナッツ類、豆類の脂質を抽出脱脂すると共に脂質を分離する工程と、脱脂後のナッツ類、豆類に各種香味料を添加含浸させる工程とからなるナッツ類、豆類食品の製造法（特開昭  $63-94951$  号公報）、及び液状または超臨界の二酸化炭素により種実から油脂を抽出する提案（特開昭  $60-127397$  号公報）などが知られている。

【0007】 また、本発明者らは動植物油脂類から優れた嗜好性を有するフレーバーを製造する目的で、先に例えば、動植物油脂類の一種もしくは二種以上の混合物からフレーバー成分を、水及び／又はアルコールの存在する系もしくは存在しない系で亜臨界もしくは超臨界状態の炭酸ガスで抽出することによる動植物油脂類フレーバーの製法を提案した（特開平  $3-22956$  号公報）。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前記のごとき伝統的手法で動植物原料からフレーバー成分を採取する場合において、水蒸気蒸留法あるいは有機溶媒法により得られたフレーバーは、原料本来の特徴的な香気、嗜好性に欠け、更に加えて香味バランスにも欠け、またフレーバーの持続性も欠ける難点があった。

【0009】 また前述した、液体又は亜臨界又は超臨界の炭酸ガスを抽剤に用いる従来提案（特公昭  $51-33185$  号公報、特開昭  $61-22129$  号公報、特開昭  $55-52393$  号公報、特開昭  $63-94951$  号公報、特開昭  $60-127397$  号公報）には、動植物原料から嗜好性の高いフレーバー成分を選択的に抽出し、これを着香料として利用しようなどということに関しては全く言及していないし、また示唆もされていない。

【0010】 さらに前記したように、特開平  $3-22956$  号公報で提案された動植物油脂類フレーバーは、動植物油脂類を亜臨界または超臨界状態の炭酸ガスで抽出することにより、嗜好性の高い動植物油脂類フレーバーが得られるが、必ずしも満足できるものではなく特に、フレーバーの収率の点での改善が強く求められている。

【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上述の課題を解決するため、従来から行われている超臨界炭酸ガス抽出に関する研究を鋭意押し進めた結果、動植物原料からフレーバー成分を抽出するに際し、該動植物原料に、あらかじめ水、アルコール類、多価アルコール類、

油脂類などの熟成補助材料を添加混合し、熟成した後、圧力150Kg/cm<sup>2</sup>以下の液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素にて抽出することにより、従来の欠点を一挙に解決することを見だし本発明を完成した。

【0012】従って本発明の目的は、動植物原料にあらかじめ熟成補助材料を添加混合し、熟成した後、前記した二酸化炭素で抽出することにより、従来の課題を一挙に解決することのできる動植物原料から嗜好性に富んだフレーバーを高濃度、高収率で効率良く抽出する新規な抽出方法を提供するにある。

【0013】以下、本発明の態様を更に具体的に説明する。

【0014】本発明の動植物原料からのフレーバーの抽出に利用できる動植物原料としては、例えば、コーヒーオイル、ゴマ油、アーモンド油、カカオバター、ココナッツバター、カシューナッツ油、ピーナッツ油、ブラジルナッツ油、ペカン油、マカデミアナッツ油、ヘーゼルナッツ油、ピスタチオ油、ウォルナッツ油、松の実油、ぎんなん油、ひまわり油、かぼちゃ種子油、オリーブ油、牛脂、豚脂、チキンオイル、マトン脂、バター、バターオイル、サーモンオイル、たら油、いわし油、醤油オイル、などの動植物油脂類；例えば、アーモンド、カシューナッツ、ピーナッツ、ブラジルナッツ、ペカン、マカデミアナッツ、ヘーゼルナッツ、ピスタチオ、ココナッツ、松の実、ぎんなん、粟、くるみ、栃の実、ごま、ひしの実、ひまわりの実、かぼちゃ種、などの種実類焙焼品；例えば、玄米茶、麦茶、麦こがし、パン類、ポップコーン、コーンフレーク、クラッカー類、煎餅・おかき類、などの穀類焙焼品；例えば、バニラ、ジンジャー、ローレル、カルダモン、ガーリック、クローブ、オールスパイス、シナモン、ナッツメグ、マスタード、ペッパー、カプシカム、パプリカ、バジルなどの香辛料類；例えば、バター、ミルク、チーズ、クリーム、ヨーグルト、全脂粉乳、脱脂粉乳などの乳製品およびこれらの酵素処理品；例えば、味噌、醤油、ミリン、漬物、などの発酵生産物；例えば、牛、豚、羊、鶏、アヒル、カモ、七面鳥、などを一般に行われている調理方法、例えば、煮る、焼く、燻製等により調理した肉類調理品；例えば、イワシ、アジ、ムロアジ、サバ、サケ、カツオ、ウナギ、イカ、タコ、貝類、エビ、カニ、などの魚介類を乾燥、焙焼、燻製処理した、例えば、カツオ節類、焼きサケ、焼きスルメ、ウナギ蒲焼きなどの魚介類調理品などの一種もしくは二種以上の混合物を挙げることができる。

【0015】本発明においては、上記の如き動植物原料を液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素を抽剤としてフレーバーを抽出処理するに際し、あらかじめ該動植物原料に水、アルコール類、多価アルコール類、油脂類などの熟成補助材料を添加混合し、熟成した

後に抽出する。かかるアルコール類としては、例えば、メタノール、エタノール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ブタノール、2-ブタノール、t-ブタノールなどを、より好ましくはエタノールを挙げることができる。多価アルコール類としては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ソルビット、マルチット、キシリット、1, 3-ブチレングリコール、1, 2-ブチレングリコールなどを、より好ましくはグリセリン、プロピレングリコールを挙げることができる。油脂類としては、例えば、大豆油、ごま油、コーン油、菜種油、米糠油、綿実油、ひまし油、落花生油、オリーブ油、パーム油、サフラワー油、小麦胚芽油、椰子油、ヒマワリ油、つばき油、ココア脂、イワシ油、サケ油、サバ油、サメ油、マグロ油、鯨油、イルカ油、イカ油、サンマ油、にしん油、たら油、牛脂、鶏油、豚脂、バターなどの動植物油脂類及びそれらの硬化油類、中鎖飽和脂肪酸トリグリセリド（以下、MCTと称する）などを挙げることができる。殊にMCTを好ましく例示することができる。かかるMCTとしては、例えば、カプロン酸トリグリセリド、カプリル酸トリグリセリド、カプリン酸トリグリセリド、ラウリン酸トリグリセリド、及びこれらの任意の混合物の如き炭素原子数6~12の中鎖飽和脂肪酸のトリグリセリドを挙げることができる。殊にカプリル酸トリグリセリド及びカプリン酸トリグリセリド及びこれらの任意の混合物を好ましく挙げることができる。これらのMCT混合物は市場で安価に且つ容易に入手することができる。

【0016】本発明で用いる熟成補助材料の使用量は動植物原料などの種類、抽出条件などによって適宜に選択することができる。一般的には前記のごとき動植物原料などに対して約1~約100重量%の範囲がしばしば採用される。

【0017】本発明においては、動植物原料を液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素で抽出処理する前に、上記動植物原料と熟成補助材料を添加混合した後、混合物の熟成処理を行うことが必要となる。かかる熟成処理方法としては、特に制限されるものではなく、従来既知の熟成方法、例えば、加熱熟成、超音波照射による熟成または遠赤外線照射による熟成、これらの熟成方法の併用等を採用することができる。

【0018】上記した如き加熱熟成における熟成処理条件としては、例えば、約10℃~約60℃、約1時間~約24時間で、好ましくは約30℃~約50℃、約1時間~約10時間で攪拌又は静置条件下に行うことができるが、特に攪拌下で行うことが好ましい。10℃未満では上記の動植物原料と熟成補助材料との熟成効果が十分でなく、60℃以上ではフレーバーが変化する恐れがあるので好ましくない。また、1時間未満では熟成効果が十分に認められず、また24時間以上処理を行っても熟

成効果に影響はなく、作業効率の面からも24時間以内でよい。さらに上記した加熱熟成の際に、超音波または遠赤外線を照射することにより、熟成時間を短縮することができる。

【0019】本発明においては、上記のごとき動植物原料と熟成補助材料の混合・熟成物を圧力150Kg/cm<sup>2</sup>以下の液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素で抽出を行うが、該二酸化炭素に水及び／又はアルコール類等を添加した系で行うこともできる。このようなアルコール類としては、例えば、メタノール、エタノール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ブタノール、2-ブタノール、t-ブタノール等の1価アルコール類；エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ソルビット、マルチット、キシリット、1,3-ブチレングリコール、1,2-ブチレングリコール等のごとき多価アルコール類を例示することができる。これらのアルコール類は、単独もしくは任意の混合物として利用することができる。これらのアルコール類の中で、特にエタノール、プロピレングリコール、グリセリン及びこれらの任意の混合物をより好ましく例示することができる。特に好ましい態様としては、水及びグリセリン及び／又はプロピレングリコールの組み合わせがあげられる。この場合、得られたフレーバーから上記溶媒を分離することなくそのまま各用途に供することができ、分離時におけるフレーバーの風味の変化及び逸散などのトラブルが回避できる等の利点がある。

【0020】本発明の液体状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素とは、臨界温度(31.0°C)及び臨界圧力(72.9 atm)付近或いはそれを超える流体であって、圧力150Kg/cm<sup>2</sup>以下の液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素が好ましい。特に圧力100Kg/cm<sup>2</sup>以下の液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素が好ましい。圧力が150Kg/cm<sup>2</sup>を越えると油脂の抽出率が高くなり、得られた抽出物は香味バランスに欠け、またフレーバーの持続性にも欠けるので好ましくない。同じく、温度は液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態であれば特に制約を受けないが、例えば、約10°C～約60°Cを採用することができる。

#### 【0021】

【発明の実施の形態】以下、本発明の動植物原料から、嗜好性に富んだフレーバーを抽出する際の実施態様をさらに詳しく説明する。

【0022】二酸化炭素を抽出塔へ導入する方法としては、特に制限されるものではなく、例えば、二酸化炭素を圧縮機を用いて所定の圧力まで圧縮し、熱交換器を通して所定の温度にし、液体状態又は亜臨界状態又は超臨界状態にして抽出塔へ導入する方法、または二酸化炭素を抽出塔へ導入後、加温、加圧して液体状態又は亜臨界

状態又は超臨界状態に相変化する方法を採用することができる。抽出塔にはあらかじめ原料の動植物原料と熟成補助材料をその抽出塔で添加混合し、約1時間～約24時間、熟成しておく。また、別の容器で添加混合し、約1時間～約24時間、熟成した後、抽出塔に仕込んで行うこともできる。

【0023】二酸化炭素による抽出は、圧力150Kg/cm<sup>2</sup>以下で、通常約10°C～約60°C程度の温度範囲で約30分～約5時間程度かきまぜ或いは静置しておくられる。香気成分と熟成補助材料を含有した二酸化炭素相をセパレーターに導き、減圧することによって抽出物を二酸化炭素から分離する。二酸化炭素と抽出物の分離は上記減圧法の他、例えば、温度変化法によってもよく、また抽出塔を2系列として半連続的操作で行うこともできる。

【0024】上記のごとくして得られた動植物原料から抽出されたフレーバーに、所望により本発明方法以外の手段で得られた動植物原料のフレーバー又は化学合成による香料化合物などを混合した調合香料などを配合することもできる。またこのようにして得られた動植物原料のフレーバーに糖類、デキストリン、サイクロデキストリン、澱粉、アラビアガム、ゼラチン、カゼイン、植物蛋白質及びこれらの混合物の如き任意の賦形剤を添加することができる。このような賦形剤を含有した動植物原料のフレーバーを、例えば、ホモジナイザーを用いて均質化処理して乳状液として利用することができる。更に該乳状液を噴霧乾燥、凍結乾燥のごとき任意の既知の乾燥手段により、粉末状もしくは顆粒状とすることもできる。

【0025】本発明によって得られる動植物原料のフレーバーは、例えば、清涼飲料水、シャーベット、アイスクリームなどの冷菓類、シロップ、キャンディー類、ジャム、フルーツプリザーブ類、ケーキ、パバロア、ムース等の洋菓子類、風味調味料、たれ類、液体調味料等の調味料類；スープ類、調理食品、総菜類、スナック類及び珍味類などの広い分野において利用することができる。これらの飲食品又は調味料に対する配合量としては、例えば、約0.01～約1.0重量%、好ましくは、約0.05～約0.5重量%の如き配合量を例示することができる。

【0026】以下実施例により本発明の態様を更に詳しく説明する。

#### 【0027】

##### 【実施例】

##### 実施例1

内容量5リットルの耐圧抽出塔にカカオバター1000gおよびODO(日清製油製のMCT)50gを添加混合し、攪拌しながら40°Cで3時間熟成した。その後、抽出温度40°C、圧力100kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素で抽出した。ついで、抽出ガスをセパ

レーターに導き、セバレーター内の温度40℃、圧力50 kg/cm<sup>2</sup>の条件で分離し、抽出物23.6 g(カカオバターの重量に対して2.36%の収率)を得た(本発明品1)。

#### 【0028】比較例1

実施例1と同じ抽出塔にカカオバター1000 gを充填し、ODOを添加しなかった以外は実施例1と同一条件で、二酸化炭素にて抽出し、抽出物8.0 g(カカオバターの重量に対して0.8%の収率)を得た(比較品1)。

#### 【0029】比較例2

実施例1と同じ抽出塔にカカオバター1000 gを充填し、抽出温度40℃、圧力250 kg/cm<sup>2</sup>の条件で、二酸化炭素にて抽出し、実施例1と同一条件で分離し、抽出物32.8 g(カカオバターの重量に対して3.28%の収率)を得た(比較品2)。

#### 【0030】比較例3

実施例1と同じ抽出塔にカカオバター1000 gおよびODO(日清製油製のMCT)50 gを添加混合し、熟成処理を行わないで直ちに二酸化炭素を導入して、実施例1と同一条件で抽出し、抽出物9.0 g(カカオバターの重量に対して0.9%の収率)を得た(比較品3)。

#### 【0031】官能評価

下記表1に実施例1で得られた本発明品1および比較例1、2、3で得られた比較品1、2、3の収率および専門パネラー10名による官能評価を示したが、本発明品は比較品に比べ、濃厚で芳醇なカカオ本来の香味を有しており、香味の強さ、収率の点でも優れていた。

#### 【0032】表1

品名	収率	香味の質	香味の強さ
本発明品1	3.26%	◎	+++
比較品1	0.8%	○	++
比較品2	3.28%	△	+
比較品3	0.9%	○	++

(注) 香味の質 : 良好 ◎>○>△ 不良  
香味の強さ: 強い +++>++>+ 弱い

#### 【0033】実施例2

内容量3リットルの攪拌釜に、市販のバターオイル1000 gとPANASATE 875(日本油脂製のMCT)80 gを添加混合し、40℃にて5時間攪拌下に熟成した。この熟成物を内容量5リットルの耐圧抽出塔に充填し、抽出温度30℃、圧力80 kg/cm<sup>2</sup>にて、亜臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡赤褐色の抽出物35.5 gを得た。このものは従来の水蒸気蒸留物と比較したところ、軽く快いローストフレーバーを有し、こく味のある軽いバター特有の芳香と調理したときのうま味のある芳香を有し、これらがバランスよく調和し、持続性も有していた。また、MCTを使用しないで同一条件にて抽出したものに比べ、抽出物の収率および

抽出物の流動性の面で改善されていた。

#### 【0034】実施例3

実施例1と同じ抽出塔に、チキンオイル1 KgとODO(日清製油製のMCT)0.1 Kgを充填し、50℃にて3時間攪拌下、熟成した。この熟成物にさらにグリセリン0.05 Kgと水0.10 Kgを添加して、抽出温度25℃、圧力100 kg/cm<sup>2</sup>にて、液化状態の二酸化炭素を用いて抽出し、分離塔内の圧力を50 kg/cm<sup>2</sup>にして、水及びグリセリンを除去して25.5 gの抽出物を得た。このものは従来品の有機溶媒による抽出物に比べ、良質なチキン特有の香味を有し、優れた持続性を有していた。また、MCTを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、抽出物の収率および抽出物の流動性の面で改善されていた。

#### 【0035】実施例4

内容量3リットルの攪拌釜に、コーヒーオイル1 KgとODO(日清製油製のMCT)50 gを充填し、超音波発生装置にて超音波照射しながら5時間攪拌下に熟成した。この熟成物を抽出温度40℃、圧力100 kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡黄色の抽出物42.5 gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質なコーヒー特有のロースト感を有し、優れた持続性を有していた。またMCTを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、抽出物の収率および抽出物の流動性の面で優れていた。

#### 【0036】実施例5

内容量3リットルの攪拌釜に、ローストピーナッツ粉砕物1500 gと水100 gを充填し、超音波発生装置にて超音波照射しながら3時間熟成した。この熟成物を抽出温度40℃、圧力100 kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡黄色の抽出物42.8 gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質なローストピーナッツ特有のロースト感を有し、優れた持続性を有していた。また水を添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、ローストピーナッツ特有の香気香味に優れ、かつ抽出物の収率および抽出物の流動性の面で優れていた。

#### 【0037】実施例6

内容量3リットルの攪拌釜に、麦茶粉砕物500 gとエタノール100 gを充填し、超音波発生装置にて超音波照射しながら5時間熟成した。この熟成物を抽出温度20℃、圧力100 kg/cm<sup>2</sup>にて、亜臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡褐色の抽出物76.2 gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質な麦茶特有のロースト感を有し、優れた持続性を有していた。またエタノールを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、香味および抽出物の収率の面で優れていた。

#### 【0038】実施例7

内容量3リットルの耐圧抽出塔に味噌2000 gおよび



グリセリン200gを添加混合し、攪拌しながら40℃で3時間熟成した。その後、抽出温度40℃、圧力100kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素で抽出した。ついで、抽出ガスをセパレーターに導き、セパレーター内の温度35℃、圧力40kg/cm<sup>2</sup>の条件で分離し、抽出物30.4gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質な味噌特有の発酵感を有し、優れた持続性を有していた。またグリセリンを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、香味および抽出物の収率の面で優れていた。

【0039】実施例8

内容量3リットルの攪拌釜に、酵素処理バター1000gとODO（日清製油製のMCT）50gを充填し、45℃で3時間攪拌下に熟成した。この熟成物を抽出温度45℃、圧力100Kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡黄色の抽出物45.6gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べフレッシュなバター感を有し、優れた持続性を有していた。またMCTを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、香味および抽出物の収率の面で優れていた。

【0040】実施例9

内容量3リットルの攪拌釜に、ローストビーフ粉砕物1000gとエタノール100gを充填し、超音波発生装置にて超音波照射しながら3時間熟成した。この熟成物を抽出温度40℃、圧力100Kcm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡褐色の抽出物80.4gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質なロースト感およびビーフ感を有し、優れた持続性を有していた。またエタノールを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、香味および抽出物の収率の面で優れていた。

【0041】実施例10

内容量3リットルの攪拌釜に、バニラ細断物1000gとエタノール100gを充填し、超音波発生装置にて超音波照射しながら5時間熟成した。この熟成物を抽出温度40℃、圧力100Kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡黄色の抽出物74.2g

を得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質なバニラ感を有し、優れた持続性を有していた。またエタノールを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、抽出物の収率および抽出物の流動性の面で優れていた。

【0042】実施例11

内容量3リットルの攪拌釜に、ホワイトペッパー粉砕物1500gと水150gを充填し、超音波発生装置にて超音波照射しながら3時間熟成した。この熟成物を抽出温度40℃、圧力100Kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡黄色の抽出物30.5gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質なペッパー特有のスパイス感を有し、優れた持続性を有していた。また水を添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、香味および抽出物の収率の面で優れていた。

【0043】実施例12

内容量3リットルの攪拌釜に、カツオ節粉砕物1500gとエタノール150gを充填し、超音波発生装置にて超音波照射しながら5時間熟成した。この熟成物を抽出温度40℃、圧力100Kg/cm<sup>2</sup>にて、超臨界状態の二酸化炭素を用いて抽出し、淡黄色の抽出物98.6gを得た。このものは従来の有機溶媒による抽出物に比べ良質なカツオ節特有の節感を有し、優れた持続性を有していた。またエタノールを添加して、熟成処理を行っていないものに比べ、抽出物の収率および抽出物の流動性の面で優れていた。

【0044】

【発明の効果】本発明によれば、動植物原料を液化状態又は亜臨界状態又は超臨界状態の二酸化炭素を抽剤として抽出処理するに際し、あらかじめ該動植物原料に熟成補助材料を添加混合し、熟成した後、抽出することにより安定性に優れ、フレーバー強度の大きい香気香味成分を含有する動植物原料のフレーバーを効率良く且つ高収率をもって工業的に極めて有利に製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 山本 直人

神奈川県川崎市中原区荻宿335 長谷川香料株式会社技術研究所内